

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 55-047363

(43)Date of publication of application : 03.04.1980

(51)Int.Cl.

G22C 29/00

G22C 29/00

G22C 29/00

G22C 1/04

(21)Application number : 53-119685

(71)Applicant : SUMITOMO ELECTRIC IND LTD

(22)Date of filing : 27.09.1978

(72)Inventor : HARA AKIO
YATSU SHUJI

(54) FINE CRYSTAL SINTERED BODY FOR TOOL AND ITS PREPARATION

(57)Abstract:

PURPOSE: To manufacture sintered body tool excellent in strength and abrasion resisting property, by mixing fine powder of carbide, nitride or boride of 4a, 5a and 6a group with raw material diamond powder and pressing under high pressure and temperature after molding.

CONSTITUTION: Iron group metal powder is mixed with 95W30vol% of diamond powder of not more than 1 μ and the remainder vol% of not less than one kind of carbide, nitride or boride of 4a, 5a, 6a group metals and these solid solution powder of not more than 1 μ . The above mixture is put in the ultra high pressure apparatus and hot press is carried out under the condition of high pressure and temperature at the state of being the diamond stable after carrying out press molding. By the above method, grain growth of diamond is repressed and high strength sintered body excellent in abrasion resisting property, is obtained. The above sintered body is applied for drawing die required beautiful finishing face or bite for cutting of Al alloy or Cu alloy.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

⑨ 日本国特許庁 (JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭55—47363

⑤ Int. Cl.³
C 22 C 29/00

識別記号
CBP
1 0 2
1 0 5

庁内整理番号
6411—4K
6411—4K
6411—4K
6735—4K

⑬ 公開 昭和55年(1980)4月3日

発明の数 2
審査請求 未請求

C 22 C 1/04

(全 5 頁)

⑭ 工具用微細結晶焼結体およびその製造方法

⑯ 発明者 矢津修示

⑰ 特 願 昭53—119685

⑱ 出 願 昭53(1978)9月27日

⑲ 発明者 原昭夫

伊丹市昆陽字宮東1番地住友電
気工業株式会社伊丹製作所内

伊丹市昆陽字宮東1番地住友電
気工業株式会社伊丹製作所内

⑳ 出 願 人 住友電気工業株式会社

大阪市東区北浜5丁目15番地

㉑ 代理人 弁理士 青木秀実

明 細 書

1. 発明の名称

工具用微細結晶焼結体およびその製造方法。

2. 特許請求の範囲

(1) 1 μ 以下のダイヤモンドが容量で95～80%を占め、残部が1 μ 以下の周期律表第4a, 5a, 6a族金属の炭化物、窒化物、硼化物及びこれ等の固溶体または混合物結晶と鉄族金属の結合材からなる工具用微細結晶焼結体。

(2) 特許請求の範囲(1)項記載の焼結体において結合材が周期律表第4a, 5a, 6a族金属の炭化物と鉄族金属からなり、これ等炭化物と鉄族金属の割合がその共晶組成に相当するものより炭化物含有量が多いことを特徴とする工具用微細結晶焼結体。

(3) 1 μ 以下のダイヤモンド粉末と1 μ 以下の周期律表第4a, 5a, 6a族金属の炭化物、窒化物、硼化物及びこれ等の固溶体粉末の1種又は2種以上と鉄族金属粉末の混合粉末を作成し、これを粉状でもしくは型押成型し、超高压高温装置を用いてダイヤモンドが安定な高温、高压下でホットプレ

スすることを特徴とする1 μ 以下のダイヤモンドが容量で95～80%を占め、残部が1 μ 以下の周期律表第4a, 5a, 6a族金属の炭化物、窒化物、硼化物及びこれ等の固溶体または混合物結晶と鉄族金属の結合材からなる工具用微細結晶焼結体の製造方法。

(4) 特許請求の範囲(3)項記載の方法において結合材形成粉末として周期律表第4a, 5a, 6a族金属の炭化物粉末と鉄族金属を用い、ダイヤモンド粉末とこの結合材粉末の混合粉末をダイヤモンドが安定な高温、高压下で且つ結合材中の炭化物と鉄族金属との共晶生成温度以上でダイヤモンドの粒成長を抑制して焼結することを特徴とする工具用微細結晶焼結体の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

現在非鉄合金やプラスチック、セラミツクの切削に、ダイヤモンドが70容量%を越し結合材としてCoを主成分とする金属が用いられた焼結体部が超硬合金母材上に接合された工具材が市販されている。この工具材は価格が高いにもかかわらず

ず Si を多く含む Al 合金や鋼合金などの切削工具として一部好評を博している。

本発明者らはこの工具材についてその特性などを種々調査した。この工具材で切削加工用のバイトを作成し、前記したような材料を実際に切削してみると、確かに耐磨耗性の点においては従来用いられてきた超硬合金製のバイトに比較してはるかに優れており、また衝撃に対しては天然ダイヤモンドの単石から加工されたバイトに比較して強靱である特徴を有している。

しかしこのような特徴を持つ反面、例えば非鉄合金を切削した場合の被加工面を観察すると、天然ダイヤモンド単石工具に比較して面粗度が粗く、鏡面と呼ばれる美麗な仕上面は得られないことが判った。

また時計部品等の小物、薄肉の被加工物を切削加工する場合、切削抵抗が大きく加工物が変形したり、寸法精度が維持できないといった問題点がある。この理由について検討した結果次のことが判明した。

-8-

仕上面が要求される用途には適さない。

本発明者等はこのような従来のダイヤモンド焼結体工具材の欠点を克服するべく研究した結果、本発明に到達した。即ちダイヤモンド焼結体の結晶粒度を 1μ 以下の極めて微細なものとするることによつて前記した市販ダイヤモンド焼結体の欠点を解消し得たものである。

ダイヤモンドの粉末を用いて焼結体を作成する方法としては例えば特公昭 39-20488 号に示されているようにダイヤモンドの粉末とこれを高压高温で溶解する鉄族金属の粉末を混合しておき、ダイヤモンドが安定な圧力、温度条件でこの金属を溶解せしめてこれをダイヤモンドの結合材とする方法がある。現在市販されているダイヤモンド焼結体の製法は特公昭 52-12126 号に述べられているように WC-Co 超硬合金に接してダイヤモンド粉末を置き、超高压下で超硬合金中の Co が溶解する温度以上に加熱してこの Co をダイヤモンド粉末層中に溶浸せしめる方法がとられている。

発明者等は前記した従来の市販ダイヤモンド焼

-5-

特開 昭 55-47363 (2)

市販のダイヤモンド焼結体の組織を観察するとダイヤモンド結晶の粒度が $8 \sim 10\mu$ であり、粒子間には結合材として金属 Co が存在する。この焼結体を用いたバイトの刃先を見ると結晶粒子の大きさにほぼ近い凹凸が見られ、天然ダイヤモンド工具の如く鋭い刃先ではない。このことが美麗な仕上面が得られ難い一つの理由と考えられる。またダイヤモンド粒子間に存在する金属 Co 結合相は被削材金属との裏着を起すことがあり、これも鏡面のような仕上面が要求される場合には問題となる。

市販のダイヤモンド焼結体工具で線引きダイス用途のものは約 $30 \sim 60\mu$ の粗粒のダイヤモンド結晶の焼結体である。線引きダイスには従来から天然ダイヤモンド単石を用いたダイヤモンドダイスが使用されているが、市販の焼結体を用いたダイスはこれと比較すると、寿命が永い、割れ難いといった特徴はあるもののやはり切削工具の場合と同様に線引きされた線材表面に結晶粒子程度のスジがつくといったような問題があり、美麗な

-4-

結体の欠点を解消する為に極めて微細なダイヤモンド結晶の緻密な焼結体を得るべく、これ等の方法を用いて種々焼結体を試作してみたが、満足な結果は得られなかつた。

例えば、原料ダイヤモンド粉末として約 0.3μ の微粒を用い、金属 Co 粉と混合してこれを容器に詰めダイヤモンド合成に用いられる超高压装置で圧力 55 Kb、温度 1450°C で焼結したところ、緻密な焼結体は得られたが、焼結体中のダイヤモンド粒子は約 300μ の大きさに粒成長しており、目的とした微細結晶の焼結体は得られなかつた。このようにダイヤモンド結晶はダイヤモンドが安定な高温、高压下でこれを溶解する鉄族金属の液相が存在する場合は溶解析出現象により粒成長する。原料ダイヤモンド結晶の粒度を種々変えて同様の実験を行なつた結果、粒度が 3μ 以上の場合は顕著な粒成長は生じないことが分つた。これは現在市販されているダイヤモンド焼結体の最も微細な粒度に相当する。

発明者等は目的とする 1μ 以下の微細結晶焼結

-6-

体を製造する方法を種々検討した結果、原料ダイヤモンド粉末に周期律表第4族(Ti, Zr, Hf)、第5族(V, Nb, Ta)、第6族(Cr, Mo, W)の炭化物、窒化物、硼化物の微細な粉末を混入すると、鉄族金属融液と共存した状態でもダイヤモンドの粒成長が抑制されることを見出した。その理由としては微細なダイヤモンド結晶粒子の間にこれ等の化合物粒子が存在することによつてこれが結晶成長に対しては不純物として作用することで成長が抑制されるか、またはこれ等の化合物が高温下で一部鉄族金属融液に溶解し、ダイヤモンド結晶表面に炭化物として析出することで粒成長が抑制される¹⁾ことが考えられる。

このような作用を有するものとしては微細なダイヤモンド結晶粒子間に介在していることが必要であり、これ等化合物粉末も予めダイヤモンド結晶と同等かそれ以下の粒度まで粉碎されており、ダイヤモンド結晶粉末と均一に混合されていることが必要である。実験の結果によると化合物としては周期律表第4族、5族、6族金属の炭化物

-7-

粉末を混入せしめる方法もある。

混合した粉末を超高压装置に入れ、第1図に示したダイヤモンドが安定な条件下で焼結する。このとき使用した鉄族金属と炭化物等の化合物間に生じる共晶液相の出現温度以上で焼結する必要がある。例えば化合物としてTiCを用い、鉄族金属としてCoを用いた場合は常圧下では約1200℃で液相が生じる。高压下ではこの共晶温度は数十℃程度上昇するものと考えられている。従つてこの場合は1300℃以上の温度で焼結される。

本発明のダイヤモンド焼結体の組成はダイヤモンド含有量が容量で95~80%の範囲である。95%以上のダイヤモンド含有量では介在する化合物の量が充分でなく、焼結中にダイヤモンドの粒成長を抑制する効果がうすれる。又ダイヤモンド含有量が30%未満では工具としての耐摩耗性が劣り、目的とする天然ダイヤモンドに匹敵する性能は得られない。焼結体中のダイヤモンドの結合材となる炭化物等の化合物と鉄族金属の割合は一義的には定められないが、少くとも焼結時に化

-8-

特開 昭55-47363(3)

が最も粒成長抑制効果が顕著であつた。また焼結体の工具としての性能からみると、これ等の化合物は鉄族金属と共にダイヤモンド結晶の結合材として焼結体中に残るものであり、このものの自身の強度・耐摩耗性が優れていることが必要である。この面からみても炭化物を用いた方が高強度で耐摩耗性に優れた焼結体が得られる。

本発明の焼結体に使用するダイヤモンド原料粉末としては1μ以下好ましくは0.5μ以下のマイクロパウダーである。合成ダイヤモンド、天然ダイヤモンドのいずれでも良い。このダイヤモンド粉末と前記化合物粉末の一種又は2種以上及びFe、Co、Niの鉄族金属粉末を均一にボールミル等の手段を用いて混合する。この鉄族金属は予め混合せずに焼結時に溶浸せしめても良い。また発明者等の先願特願昭52-51381号の如くボールミル時のボットとボールを混入する炭化物等の化合物と鉄族金属の焼結体で作成しておき、ダイヤモンド粉末をボールミル粉碎すると同時にボットとボールから炭化物等の化合物と鉄族金属の焼結体の微細

-8-

化合物が固体として存在するだけの量は必要であり、例えばWCを化合物として用いCoを結合金属とした場合はWCとCoの量的割合は前者を重量で50%以上含む必要がある。

本発明の焼結体の用途としては特に美麗な仕上加工面が要求される繰引きダイスやAl合金やCu合金の切削加工用バイトなどがある。

以下実施例により具体的に説明する。

実施例1

粒度0.5μの合成ダイヤモンド粉末とWC及びCo粉末をWC-Co超硬合金製のボット、ボールを用いて粉碎混合した。作成した混合粉末の組成は次の通りである。

-10-

表 1

A	容 積 率			焼結体 ビツカース硬度
	ダイヤモンド	WC	Co	
A	96	2	2	(粒成長)
B	90	8	7	(")
C	90	5	5	8,000
D	80	15	5	7,200
E	50	45	5	5,300
F	30	65	5	3,000
G	25	70	5	2,100

この混合粉末をTa製の容器に詰め超高压装置を用いて先ず圧力を55kbに加え、引続いて1450℃に加熱し、20分間保持して焼結した。

焼結体を取り出して組織観察したところA、Bのものは約800μの粗大なダイヤモンド結晶が生成しており均一な組織の焼結体は得られなかった。C〜Gのものはいずれも1μ以下のダイヤモンドと1μ以下のWCを含む微細結晶焼結体であつた。焼結体のビツカース硬度は表1に記した通りである。

-11-

体は粒度1μ以下の極めて微細な組織を呈していた。

この焼結体を更にステンレス製のリングに通常の天然ダイヤモンドダイスの製法と同様の方法でマウントし、ダイヤモンド焼結体部を孔加工して線引きダイスを作成した。これを用いて従来天然ダイヤモンドダイスが使用されていた径1mmのステンレス線の線引きに用いたところ天然ダイヤモンドダイスの3倍の寿命が得られ、被加工材料の表面も従来と変わらぬ状態であつた。

実施例 3

粒度1μ以下のダイヤモンド粉末を用いて表2の組成の混合粉末を作成した。

A	ダイヤモンド 容 積 率	結合材及び容 積 率	
		化 合 物	鉄族金属
H	80	15 TaC	5 Co
I	80	15 TiC	5 Co
J	80	15 TiB ₂	5 Ni
K	80	15 ZrN	5 Ni
L	80	15 WC	5 Ni

-13-

特開 昭55-47363(4)

A、Cの焼結体を切断して切削加工用のチップを作成した。これを用いてA、C合金の切削テストを行なつた。被削材は直径80mmのA、C合金丸棒で、切削速度250m/分、送り0.02mm/回転、切込み0.07mmで切削した。天然ダイヤモンド工具と同じ切削条件で比較したが被削材の表面状態は殆んど差がなく美麗な鏡面に近い仕上げ面が得られた。

実施例 2

実施例1のA、Cの組成の混合粉末を用いて、内径5mm、深さ5mm、肉厚50μのTa製容器に充てんした。これを予め焼結したWC-10%Co合金の外径15mm、内径5.2mm、高さ5mmのリングに装入した。この組合せ体を超高压装置に入れ、実施例1と同一条件で焼結した。得られた焼結体はWC-10%Co超硬合金製のリングにダイヤモンド焼結体が内接した複合体となつていた。界面は50μ厚みのTa容器が残存しておりこの一部はダイヤモンド又は超硬合金と反応してTaCになつていた。この界面の存在により焼結時に超硬合金製リングよりのCo液相の浸入はなく、ダイヤモンド焼結

-12-

焼結条件は全て実施例1と同様にして焼結体を得た。いずれもダイヤモンドは1μ以下の微細な組織の焼結体であつたが特にA、J、Kの焼結体は焼結体に層状のヒビ割れが生じており、他のものに比較して強度が劣つていた。

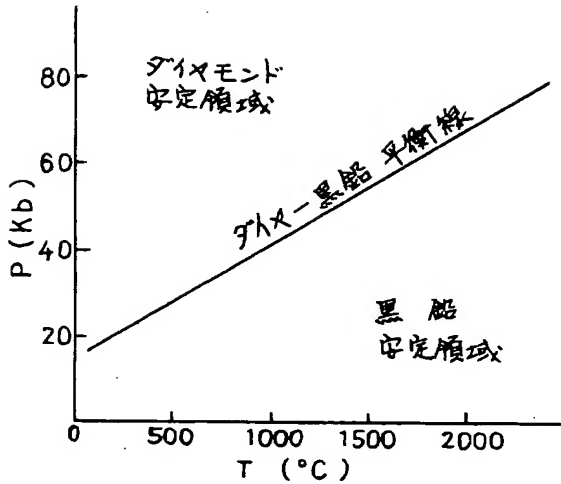
4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明の焼結体の製造条件を説明する為のものでダイヤモンドの圧力、温度相図上での安定域を示したものである。

代理人 井理士 青木秀実

-14-

第 1 図



特開 昭55-47363(5)

手 続 補 正 書

昭和 58 年 10 月 2 日

特許庁長官 熊谷 善二 殿

1. 事件の表示
特 許
昭和 53 年 実用新案登録 第 119685 号

2. 発明考案の名称
(通称)
工具用微細結晶体およびその製造方法

2. 印刷入

3. 補正をする者
事件との関係 特許出願人
住 所 大阪市東区北浜 5 丁目 15 番地
名 称 (213) 住友電気工業株式会社
代表者 社長 亀井 正 夫

4. 代 理 人
住 所 大阪市此花区島屋 1 丁目 1 番 3 号
住友電気工業株式会社内
(電話 大阪 481-1031)

氏 名 (7085) 弁理士 青 木 秀 実

5. 補正命令の日付

昭和 一 年 一 月 一 日

白 色 補 正

6. 補正の対象

図 面

7. 補正の内容

(1) 図面を別紙の如く訂正します。

第 1 図

